

PCT/JP 00/04711

日本国特許庁 10/031290  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT 21.08.00

4  
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日

Date of Application:

1999年 7月14日

REC'D 06 OCT 2000

出願番号

Application Number:

平成11年特許願第200294号

WIPO

PCT

出願人

Applicant (s):

鐘淵化学工業株式会社

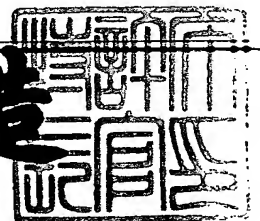
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 9月22日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特 2000-3075924

【書類名】 特許願  
 【整理番号】 TKS-3927  
 【提出日】 平成11年 7月14日  
 【あて先】 特許庁長官殿  
 【国際特許分類】 D01F 4/00  
 【発明者】

---

【住所又は居所】 兵庫県姫路市田寺東 1-3-28

【氏名】 上田正博

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県高砂市高砂町沖浜町 2-63 光雲寮

【氏名】 牧原義博

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県尼崎市下坂部 4-2-27

【氏名】 植田貴志

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県神戸市垂水区塩屋町 6-31-17 三青荘 1104

【氏名】 松村邦彦

【特許出願人】

【識別番号】 000000941

【氏名又は名称】 鐘淵化学工業株式会社

【代表者】 武田 正利

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005027

【納付金額】 21,000円

---

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 耐熱性に優れた再生コラーゲン繊維

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 コラーゲン 1 0 0 重量部に対して熱可塑性樹脂を 1 ～ 1 0 0 重量部配合してなる再生コラーゲン繊維。

【請求項 2】 熱可塑性樹脂がアクリル酸アルキルエステル系単量体、メタクリル酸アルキルエステル系単量体、アクリル酸、メタクリル酸、ビニルシアン系単量体、芳香族ビニル系単量体及びハロゲン化ビニル系単量体よりなる群から選択される少なくとも 1 種から重合されてなるものである請求項 1 記載の再生コラーゲン繊維。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐熱性に優れた再生コラーゲン繊維に関する。更に詳しくは、頭髮用や毛皮用、手捲糸、等に好適に使用できる耐熱性に優れた再生コラーゲン繊維に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

再生コラーゲン繊維は、蛋白繊維の中では絹と同様に高強度を発現することから、従来から様々な分野に応用されている。特に、再生コラーゲン繊維は、コラーゲン由来の特徴的な分子構造を保持した蛋白繊維であることから、天然の蛋白繊維でありきわめて複雑な微細構造を有している人毛と風合い・光沢・触感が近似している。そのため、頭髮や、毛皮用などの獣毛調繊維に用いる試みがなされている。

【 0 0 0 3 】

再生コラーゲン繊維は、一般に動物の皮や骨を原料としており、これをアルカリ又は酵素処理して水に可溶なコラーゲンとした後、無機塩水溶液などに押し出し紡糸して製造される。ただし、こうして得られる再生コラーゲン繊維はそのままでは水に溶解するため、耐水性を付与するために何らかの処理が施される。再

生コラーゲン繊維を不溶化する方法としては、ホルムアルデヒド、グルタルアルデヒドなどのアルデヒド化合物で処理する方法、各種クロム塩、アルミニウム塩、ジルコニウム塩などの金属塩で処理する方法、エポキシ化合物などで処理する方法、さらにはこれらの方法を組み合わせて処理する方法も知られている。

【0004】

しかしながら、これらの方法で作成した糸はコラーゲンを原料としていることもあり、ケラチンを主成分とする頭髮や獣毛にくらべて耐熱性が低く、ヘアアイロンやドライヤーを用いたスタイリング時に熱損傷（長さの収縮、毛先の縮れや硬化）を受けやすく美容特性上、満足できるものではなかった。（ここで述べるスタイリングとは、美容院や家庭などで熱によって毛髪に任意の形状を付与することである。）

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、ヘアアイロンやドライヤーを用いたスタイリング時にも熱損傷を受けにくい耐熱性に優れた再生コラーゲン繊維を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

上記のような現状に鑑み、本発明者等は鋭意検討を重ねた結果、熱可塑性樹脂をコラーゲン100重量部に対して1～100重量部配合させることにより、耐熱性に優れた再生コラーゲン繊維となることを見いだした。

すなわち本発明は、コラーゲン100重量部に対して熱可塑性樹脂を1～100重量部配合してなる再生コラーゲン繊維であり、前記熱可塑性樹脂がアクリル酸アルキルエステル系単量体、メタクリル酸アルキルエステル系単量体、アクリル酸、メタクリル酸、ビニルシアン系単量体、芳香族ビニル系単量体及びハロゲン化ビニル系単量体よりなる群から選択される少なくとも1種から重合されてなるものであるのが好ましい。

【0007】

【発明の実施の形態】

本発明に用いるコラーゲンの原料は、床皮の部分を用いるのが好ましい。床皮は

、例えば牛などの動物から得られるフレッシュな床皮や塩漬けした生皮より得られる。これら床皮などは、大部分が不溶性コラーゲン繊維からなるが、通常網状に付着している肉質部分を除去したり、腐敗・変質防止のために用いた塩分を除去したのちに用いられる。

【0008】

この不溶性コラーゲン繊維には、グリセライド、リン脂質、遊離脂肪酸などの脂質、糖タンパク質、アルブミン等のコラーゲン以外のタンパク質など、不純物が存在している。これらの不純物は、繊維化するにあたって紡糸安定性、光沢や強伸度などの品質、臭気などに多大な影響を及ぼすため、例えば石灰漬けにして不溶性コラーゲン繊維中の脂肪分を加水分解し、コラーゲン繊維を解きほぐした後、酸・アルカリ処理、酵素処理、溶剤処理等のような従来より一般に行われている皮革処理を施し、予めこれらの不純物を除去しておくことが好ましい。

【0009】

前記のような処理の施された不溶性コラーゲンは、架橋しているペプチド部を切断するために可溶化処理が施される。かかる可溶化処理の方法としては、一般に採用されている公知のアルカリ可溶化法や酵素可溶化法等を適用することができる。

【0010】

前記のアルカリ可溶化法を適用する場合には、例えば塩酸などの酸で中和することが好ましい。尚、従来より知られているアルカリ可溶化法の改善された方法として、特公昭46-15033号公報に記載された方法を用いても良い。

【0011】

前記の酵素可溶化法は、分子量が均一な再生コラーゲンを得ることができるという利点を有するものであり、本発明において好適に採用しうる方法である。かかる酵素可溶化法としては、例えば特公昭43-25829号公報や特公昭43-27513号公報等に記載された方法を採用することができる。尚、本発明においては、前述のアルカリ可溶化法および酵素可溶化法を併用しても良い。

【0012】

このように可溶化処理を施したコラーゲンにpHの調整、塩析、水洗や溶剤処

理などの操作をさらに施した場合には、品質などの優れた再生コラーゲンを得ることが可能なため、これらの処理を施すことが好ましい。

【0013】

次に、得られた可溶化コラーゲン皮片は、例えば、1～15重量%、好ましくは、2～10重量%程度の所定濃度の原液になるように塩酸、酢酸、乳酸などの酸でpH2～4.5に調整した酸性溶液を用いて溶解され、コラーゲン水溶液となる。

【0014】

本発明では、塩酸、酢酸、乳酸などの酸を添加する前の可溶化コラーゲン皮片もしくは酸を添加後のコラーゲン水溶液のどちらかに熱可塑性樹脂をコラーゲン100重量部に対して1～100重量部を配合する。

【0015】

配合する熱可塑性樹脂は、好ましくは3～80重量部、さらに好ましくは5～50重量部であり、配合量が1重量部未満の場合には耐熱性向上の効果が不十分となる傾向にあり、100重量部を越える場合には耐熱性は向上するが繊維が脆くなり易く、取り扱いが困難となる傾向にある。

【0016】

熱可塑性樹脂を配合することにより耐熱性が向上する機構は定かではないが、再生コラーゲン繊維内部に存在する熱可塑性樹脂粒子が繊維内部でなんらかの構造を形成し、これがヘアアイロン等による加熱時のコラーゲン分子の収縮等の変形を阻害しているのではないかと推定している。

【0017】

ここで配合する熱可塑性樹脂としては、メチルアクリレート、エチルアクリレート、ブチルアクリレート、オクチルアクリレートなどアクリル酸アルキルエステル系単量体；メチルメタクリレート、エチルメタクリレートなどのメタクリル酸アルキルエステル系単量体；アクリル酸、メタクリル酸；アクリロニトリル、メタクリロニトリルなどのビニルシアン系単量体；スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレンなどの芳香族ビニル系単量体；塩化ビニル、臭化ビニルなどのハロゲン化ビニル系単量体などの単量体を単独、もしくは2種以上を重合した樹脂が好ましく用

いられる。さらには、ジビニルベンゼン、モノエチレングリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレートなどの架橋剤が単独、または2種以上が含まれるものであってもよい。

【0018】

また、この熱可塑性樹脂は、ガラス転移温度が0℃以上120℃未満のものが好ましく用いられる。ガラス転移温度が0℃未満の場合には、熱可塑性樹脂を配合した際にこれらが凝集しやすく大きな塊となり、これを含む再生コラーゲン繊維の強度が低下する傾向にある。一方、ガラス転移温度が120℃以上の場合には、熱可塑性樹脂を配合することによる耐熱性向上の効果が弱まる傾向にある。

【0019】

さらに、この熱可塑性樹脂の粒子径は、5μm以下であることが好ましく、より好ましくは1μm以下、さらに好ましくは、0.5μm以下である。粒子径が5μmを越えると繊維が脆くなりやすい傾向にある。この熱可塑性樹脂粒子としては、ミル等で粉碎した粉末や乳化・懸濁重合により作成したラテックス粒子等を用いることができる。中でも、乳化重合により重合したラテックス粒子は、粒子径が均一であり、水中での安定性も良好であるために取り扱いやすく、好ましく用いることができる。

【0020】

熱可塑性樹脂粒子を可溶化コラーゲン皮片に配合する場合には、熱可塑性樹脂粒子を配合した後、さらに酸を添加し、その後ニーダー等を用いて2時間以上、好ましくは5時間以上十分に攪拌して該粒子が均一に分散したコラーゲン水溶液を作製する。また、コラーゲン水溶液に熱可塑性樹脂を配合する場合にもニーダー等を用いて1時間以上十分に攪拌してコラーゲン水溶液中へ熱可塑性樹脂粒子を均一に分散させる。これらの操作は、通常25℃以下で行うことが望ましい。かかる温度が25℃よりも高い場合、コラーゲン水溶液が変性し、安定した繊維の製造が困難となる場合がある。さらに、ガラス転移温度が25℃よりも低い熱可塑性樹脂を添加する場合には、これらが凝集しないように添加樹脂のガラス転移温度以下の温度で処理を行うことが望ましい。

【0021】

尚、このようにして得られたコラーゲン水溶液は必要に応じて減圧攪拌下で脱泡を施したり、大きいごみを除去するために濾過をおこなってもよい。

【0022】

また、さらに必要に応じて、得られる可溶化コラーゲン水溶液には、例えば機械的強度の向上、耐水・耐熱性の向上、光沢性の改良、紡糸性の改良、着色の防止、防腐などを目的として安定剤、水溶性高分子化合物などの添加剤が適量配合されてもよい。

【0023】

次に前記可溶化コラーゲン水溶液を、例えば紡糸ノズルやスリットを通して吐出し、無機塩水溶液に浸漬することにより再生コラーゲン繊維が形成される。前記無機塩水溶液としては、例えば硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム、硫酸アンモニウムなどの水溶性無機塩の水溶液が用いられ、通常該無機塩の濃度は10～40重量%に調整される。

【0024】

前記無機塩水溶液のpHは、例えばホウ酸ナトリウムや酢酸ナトリウムなどの金属塩や塩酸、酢酸、水酸化ナトリウムなどを配合することにより、通常2～13、好ましくは4～12となるように調整されるのが望ましい。かかるpHは2未満である場合および13を越える場合、コラーゲンのペプチド結合が加水分解を受けやすくなり、目的とする繊維が得られにくくなる傾向がある。また無機塩水溶液の温度は特に限定しないが、通常35℃以下であることが望ましい。かかる温度が35℃より高い場合、可溶性コラーゲンが変性したり、紡糸した繊維の強度が低下し、安定した糸の製造が困難となる。尚、前記温度の下限は特に限定はなく、通常無機塩の溶解度に応じて適宜調整されればよい。

【0025】

次に、これらの繊維は、通常、耐水性改良のため架橋剤で処理を施す。架橋剤での処理法としては、たとえば架橋剤を前記無機塩水溶液にあらかじめ添加しておき、紡糸と同時に耐水化処理を施す方法、紡糸された再生コラーゲン繊維に架橋剤による処理を施す方法などがあげられる。

【0026】



また、前記架橋剤としては、たとえばホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、メチルグリオキザール、アクロレイン、クロトンアルデヒドなどのモノアルデヒド類；グリオキザール、マロンジアルデヒド、スクシンジアルデヒド、グルタルアルデヒド、ジアルデヒドデンプンなどのジアルデヒド類；酸化エチレン、酸化プロピレンなどの酸化アルキル、脂肪族アルコール、グリコールやポリオールのグリシジルエーテル、モノカルボン酸、ジカルボン酸やポリカルボン酸のグリシジルエステルなどのエポキシ化合物；尿素、メラニン、アクリルアミド、アクリル酸アミド、及びそれらの重合体より誘導されたN-メチロール化合物；ポリオールやポリカルボン酸にイソシアネートを導入し亜硫酸水素ナトリウムを付加してなる水溶性ポリウレタン；モノクロロトリアジンやジクロロトリアジンなどのトリアジン誘導体；オキシエチルスルホンの硫酸エステルまたはビニルスルホンの誘導体；トリクロロピリジンの誘導体；ジクロロキノキサリンの誘導体；N-メチロール誘導体；イソシアネート化合物；フェノール誘導体；タンニンに代表される水酸基を有する芳香族類；アルミニウム、クロム、チタン、ジルコニウムなどで代表される金属の陽イオンと、硫酸イオン、硝酸イオン、塩素イオンに代表されるハロゲンイオン、水酸イオンなどの陰イオンとを組み合わせた金属塩などの無機架橋剤などがあげられるが、本発明はこれらの架橋剤のみに限定されるものではなく、再生コラーゲン繊維の熱水収縮率、吸水率や水中での膨潤度を低下させ、また再生コラーゲン繊維を水に対して不溶にしうるものであれば、他のものを用いることができる。尚、有機架橋剤が非水溶性であればエマルジョンまたはサスペンションとして用いることも可能である。これらの架橋剤は、通常1種または2種以上を組み合わせ用いられる。

#### 【0027】

これら架橋剤の中では、金属塩が特にすぐれた耐熱性を再生コラーゲン繊維に発現させるものであり、中でもアルミニウム塩を用いると、熱可塑性樹脂添加の効果が顕著であるため、本発明においては好適に使用しうるものである。

#### 【0028】

さらに、本発明においては、必要により、再生コラーゲン繊維に水洗、オイルング、乾燥を施すことができる。

## 【0029】

乾燥は、通常、熱風対流式乾燥機において行うが、再生コラーゲン繊維は乾燥時に収縮しやすく、また、弛んだ状態で乾燥を行うと、繊維に縮れたような形態が付与され、一度付与された形態を修正することは極めて困難である。このため、本発明においては、繊維を緊張させた状態でこれの両端を固定するか、もしくは繊維が切れずにかつ乾燥後の糸の収縮率が30%以下、好ましくは20%以下になるように繊維の両端に荷重を加えた緊張状態で乾燥を実施する。乾燥時の糸の収縮率が30%を越える場合には、繊維の表面に微妙な凹凸が発生して触感へ悪影響を及ぼす傾向にある。また、乾燥機内部の雰囲気温度は、特に制限しないが、添加した熱可塑性樹脂のガラス転移温度以上にとすると耐熱性向上の効果が一段と向上して好ましい。これは、添加した熱可塑性樹脂粒子同士が融着することにより、再生コラーゲン繊維の内部に連続した構造体が形成され、これが耐熱性改良に良好な効果を発現するのではないかと推定される。さらに、乾燥機内部の雰囲気温度の上限については繊維の変色が激しくならない温度範囲内で行うことが好ましく、また、乾燥時間に関しては、繊維が完全に乾燥する時間以上であり、繊維の変色が激しくならない時間以内とするのが好ましい。

## 【0030】

水洗を施すのは、塩による油剤の析出を防止したり、乾燥機内で乾燥時に再生コラーゲン繊維から塩が析出し、かかる塩によって再生コラーゲン繊維に切れが発生したり、生成した塩が乾燥機内で飛散し、乾燥機内の熱交換器に付着して伝熱係数が低下するのを防ぐためである。また、オイリングを施した場合には乾燥時における繊維の膠着防止や表面性の改善に効果がある。

## 【0031】

こうして得られた熱可塑性樹脂を含有する再生コラーゲン繊維は、耐熱性に優れ、天然蛋白繊維の持つ風合いを保ちながらヘアアイロンやドライヤーを用いたスタイリングが可能となるため、人毛、獣毛の代替および改良品としてより好適に使用することができる。

## 【0032】

## 【実施例】

次に本発明を実施例に基づいて更に詳細に説明するが、本発明はかかる実施例のみに限定されるものではない。

尚、本発明においては、再生コラーゲン繊維の耐熱性は、ヘアアイロン時の繊維の収縮率と繊維先端のダメージを測定し、これを繊維の耐熱性の代表例とした。

また、単繊維の繊度はデニールで以下 d と略記する。

実施例で用いた熱可塑性樹脂のガラス転移温度、粒子径、および実施例で作製した再生コラーゲン繊維のヘアアイロン時の耐熱性の測定法は次の方法によった。

### 【 0 0 3 3 】

#### ( 1 ) 熱可塑性樹脂粒子のガラス転移温度

乳化重合によって得られた熱可塑性樹脂ラテックスを 2 5 ℃ で 4 8 時間乾燥した後、さらに 2 5 ℃ の真空乾燥機内で 2 4 時間保持して水分を完全に除去した粉体を得、この粉体について示差走査熱量計（セイコー電子工業（株）製、D S C - 2 2 0 C）を用いて、初期温度 - 5 0 ℃、昇温速度 1 0 ℃ / 分の条件で測定した。

### 【 0 0 3 4 】

#### ( 2 ) 熱可塑性樹脂粒子の粒子径

乳化重合によって得られた熱可塑性樹脂ラテックスを 2 5 ℃ で 4 8 時間乾燥して粉体を得、この粉体を走査型電子顕微鏡（（株）日立製作所製、S - 8 0 0）を用いて観察を行い、粒子径を測定した。

### 【 0 0 3 5 】

#### ( 3 ) ヘアアイロン時の耐熱性

温度 2 0 ± 2 ℃、相対湿度 6 5 ± 2 % の雰囲気中で以下の操作を行った。

繊維をよく開繊した後、2 0, 0 0 0 d、長さ 2 5 0 mm の束にする。これに各種温度に調整したヘアアイロン（Perming Iron、八光工業（株）製）を軽くあて、上面、下面 1 回ずつ素早く（2 秒間 / スライド 1 回）スライドさせて繊維表面の水分を蒸発させた後、アイロンで繊維束を挟み、束の根元から先へと 5 秒間かけてスライドさせる。この操作の後に繊維束の収縮率、および繊維先端の縮れ状態を調べた。収縮率は、アイロン処理前の繊維束の長さを L、アイロン処理後の繊維束の長さを L<sub>0</sub>（アイロン処理時に繊維束にうねりが生じた場合はこれを伸

ばした時の長さを測定する)とし、次の式〔1〕から求めた。

$$\text{収縮率} = [(L - L_0) / L] \times 100 \quad [1]$$

ヘアアイロン耐熱性は、ヘアアイロン処理時の収縮率が5%以下であり、さらに繊維の縮れが発生しないアイロンの最高温度をヘアアイロン耐熱温度として記載した。また、ヘアアイロン温度は、10℃刻みとして設定し、各温度の測定毎に繊維束はヘアアイロンをあてていない新しい繊維束へと変更して測定を行った。

### 【0036】

#### (実施例1)

スチレン60重量部、ブチルアクリレート40重量部、界面活性剤としてラウリル硫酸ナトリウム1重量部を用いて乳化重合を行い、ガラス転移温度41℃、粒子径0.1μmの樹脂粒子からなる、固形分含量20重量%のラテックスを得た。さらに、牛の床皮を原料とし、アルカリで可溶化した皮片1200g（コラーゲン分180g）に、上記ラテックス45g（樹脂は9g）を混合した。さらに、乳酸水溶液と水を一定量添加してニーダー（（株）入江商会製 PNV-5型。以下同じ。）で6時間攪拌し、pH3.5、固形分濃度（コラーゲンと熱可塑性樹脂からなる）が7.5重量%に調整された原液を作製した。その後、減圧下で攪拌脱泡処理（（株）ダルトン製 8DMV型 攪拌脱泡機による。以下同じ。）を1時間実施した後、ピストン式紡糸原液タンクに移送し、さらに減圧下で静置し、脱泡を行った。かかる原液をピストンで押し出した後、ギアポンプ定量送液し、孔径10μmの焼結フィルターで濾過後、孔径0.35mm、孔長0.5mm、孔数50の紡糸ノズルを通し、ホウ酸および水酸化ナトリウムでpH11に調整した硫酸ナトリウム20重量%を含有してなる25℃の凝固浴へ紡出速度4m/分で吐出した。

### 【0037】

~~次いで、得られた再生コラーゲン繊維を、エピタロロヒドリン1.7重量%、~~  
2, 4, 6-トリス（ジメチルアミノメチル）フェノール0.09重量%、サリチル酸0.009重量%、および、硫酸ナトリウム13重量%を含有した水溶液16.5kgに25℃で24時間浸漬した。

【0038】

1時間流水水洗後、塩基性塩化アルミニウム（日本精化（株）製 ベルコタン AC-P。以下同じ。）5重量%および塩化ナトリウム15重量%を含有した水溶液16.5kgに25℃で12時間浸漬した。その後、得られた繊維を2時間流水水洗した。

【0039】

次いで、アミノ変性シリコンのエマルジョンおよびプルロニック型ポリエーテル系静電防止剤からなる油剤を満たした浴槽に浸漬して油剤を付着させた後、60℃に設定した熱風対流式乾燥機（タバイエスパック（株）製 PV-221を使用。以下同じ。）内部で繊維束の一方の端を固定し、他方の端に1dあたり0.04gの荷重を加えて緊張状態で乾燥させた。次にヘアアイロン耐熱性を測定した結果、ヘアアイロン耐熱温度は、160℃であった。

【0040】

（実施例2）

実施例1において添加するラテックス量を90g（樹脂は18g）に変えた以外は実施例1と同様の方法にて実施した。次にヘアアイロン耐熱性を測定した結果、ヘアアイロン耐熱温度は、170℃であった。

【0041】

（実施例3）

実施例1において添加するラテックス量を270g（樹脂は54g）に変えた以外は実施例1と同様の方法にて実施した。次にヘアアイロン耐熱性を測定した結果、ヘアアイロン耐熱温度は、180℃であった。

【0042】

（実施例4）

メチルメタアクリレート80重量部、ブチルアクリレート20重量部、界面活性剤としてラウリル硫酸ナトリウム1重量部を用いて乳化重合を行い、ガラス転移温度73℃、粒子径0.1μmの樹脂粒子からなる、固形分含量20重量%のラテックスを得た。

牛の床皮を原料とし、アルカリで可溶化した皮片1200g（コラーゲン分18

0 g) に、上記ラテックス 90 g (樹脂は 18 g) を混合した。さらに、乳酸水溶液と水を一定量添加してニーダーで 6 時間攪拌し、pH 3.5、固形分濃度 (コラーゲンと熱可塑性樹脂からなる) が 7.5 重量% に調整された原液を作製した。その後、減圧下で攪拌脱泡処理を 1 時間実施した後、ピストン式紡糸原液タンクに移送し、さらに減圧下で静置し、脱泡を行った。かかる原液をピストンで押し出した後、ギアポンプ定量送液し、孔径 10  $\mu$ m の焼結フィルターで濾過後、孔径 0.35 mm、孔長 0.5 mm、孔数 50 の紡糸ノズルを通し、ホウ酸および水酸化ナトリウムで pH 11 に調整した硫酸ナトリウム 20 重量% を含有してなる 25℃ の凝固浴へ紡出速度 4 m/分 で吐出した。

【0043】

次いで、得られた再生コラーゲン繊維を、エピクロロヒドリン 1.7 重量%、2,4,6-トリス (ジメチルアミノメチル) フェノール 0.09 重量%、サリチル酸 0.009 重量%、および、硫酸ナトリウム 13 重量% を含有した水溶液 16.5 kg に 25℃ で 24 時間浸漬した。

【0044】

1 時間流水水洗後、塩基性塩化アルミニウム 5 重量% および塩化ナトリウム 15 重量% を含有した水溶液 16.5 kg に 25℃ で 12 時間浸漬した。その後、得られた繊維を 2 時間流水水洗した。次いで、アミノ変性シリコーンのエマルジョンおよびプルロニック型ポリエーテル系静電防止剤からなる油剤を満たした浴槽に浸漬して油剤を付着させた後、85℃ に設定した熱風対流式乾燥機内部で繊維束の一方の端を固定し、他方の端に 1 d あたり 0.04 g の荷重を加えて緊張状態で乾燥させた。次に、ヘアアイロン耐熱性を測定した結果、ヘアアイロン耐熱温度は、160℃ であった。

【0045】

(実施例 5)

実施例 4 において添加するラテックス量を 180 g (樹脂は 90 g) に変えた以外は実施例 4 と同様の方法にて実施した。次にヘアアイロン耐熱性を測定した結果、ヘアアイロン耐熱温度は、170℃ であった。

【0046】

(比較例 1)

実施例 1 においてラテックスを混合しなかった以外は、実施例 1 と同様の方法にて実施した。次にヘアアイロン耐熱性を測定した結果、ヘアアイロン耐熱温度は、140℃であった。

【0047】

(比較例 2)

---

実施例 1 において添加するラテックス量を 1350 g (樹脂は 270 g) に変えた以外は実施例 1 と同様の方法にて実施した。得られた再生コラーゲン繊維は、脆く、乾燥時の糸切れが激しく、糸として取り出せなかった。

【0048】

実施例及び比較例のデータ等を表 1 に示した。

【0049】

【表 1】

	組成 (重量部)	配合した熱可塑性樹脂の			再生コラーゲン繊維の		
		ガラス 転移温度 (℃)	粒子径 (μm)	ラゲリ100 重量部に対 する配合量 (重量部)	架橋方法	乾燥温度 (℃)	ヘアアイロン 耐熱温度 (℃)
実施例 1	ST 60 BA 40	41	0.1	5	ECH/AL	60	160
2	"	"	"	10	"	"	170
3	"	"	"	30	"	"	180
4	MMA 80 BA 20	73	"	10	"	85	160
5	"	"	"	20	"	"	170
比較例 1	-	-	-	-	"	60	140
2	ST 60 BA 40	41	0.1	150	"	"	糸切れが激しく 測定不可能

添加樹脂粒子の組成 ST: スチレン BA: ブチルアクリレート MMA: メチルメタクリレート  
再生コラーゲン繊維の架橋方法 ECH: エピクロヒドリン AL: 塩基性塩化アルミニウム

【 0 0 5 0 】

以上の結果より、熱可塑性樹脂を含有させることで、再生コラーゲン繊維の耐熱性が向上することがわかる。

【 0 0 5 1 】



【発明の効果】

本発明は、再生コラーゲン繊維の耐熱性を向上させる方法であり、これにより、例えばカツラやヘアピース、あるいはドールヘア等の頭飾製品に対し、人毛などの代替品として極めて優れたものとなる。

---

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ヘアアイロンやドライヤーを用いたスタイリング時にも熱損傷を受けにくい耐熱性に優れた再生コラーゲン繊維を提供する。

【解決手段】 コラーゲン 100 重量部に対して熱可塑性樹脂を 1～100 重量部配合してなる再生コラーゲン繊維であり、前記熱可塑性樹脂がアクリル酸アルキルエステル系単量体、メタクリル酸アルキルエステル系単量体、アクリル酸、メタクリル酸、ビニルシアン系単量体、芳香族ビニル系単量体及びハロゲン化ビニル系単量体よりなる群から選択される少なくとも 1 種から重合されてなるものにより達成される。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000941]

---

1. 変更年月日 ~~1990年 8月27日~~

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

氏 名 鐘淵化学工業株式会社

